Doc. 1-1 on ss 3 from WPIL using MAX

©Derwent Information

Stable cosmetic or pharmaceutical preparation, e.g. cream - containing oil and ethylquaternised fatty acid alkanolamine ester salt as emulsifier and thickener

Patent Number: DE19724868

International patents classification: A61K-007/00 A61K-007/06 A61K-007/48 A61K-009/06 A61K-009/10 C07C-217/08

Abstract :

DE19724868 A A cosmetic and/or pharmaceutical preparation contains (A) an ethyl-quaternised fatty acid alkanolamine ester salt and (B) an oil. Also claimed is the use of (A) as emulsifying and consistency-providing agent in cosmetic and/or pharmaceutical preparations.

USE - The preparations are e.g. shampoos, hair lotions, foam baths, creams, lotions or ointments.

ADVANTAGE - Use of (A) as emulsifiers provides preparations having long-term storage stability (even at elevated temperature) and increased viscosity. (A) have a markedly superior thickening and stabilising effect to the corresponding methyl-quaternised compounds, and can provide the desired viscosity at lower concentrations. (Dwg.0/0)

• <u>Publication data</u>:

<u>Patent Family</u>: DE19724868 A1 19981224 DW1999-06 A61K-

007/00 7p * AP: 1997DE-1024868 19970612 <u>Priority n°</u>: 1997DE-1024868 19970612

Covered countries: 1 Publications count: 1

Accession codes :

Accession Nº: 1999-061359 [06] Sec. Acc. nº CPI: C1999-018414 · Derwent codes :

Manual code : CPI: A10-E01 A12-V01 A12-V04 B04-B01C B04-C03C B12-M02B

B14-R02 D08-B D08-B04 E10-A22D Derwent Classes: A25 A96 B07 D21 E19

· Patentee & Inventor(s):

Patent assignee: (HENK) HENKEL KGAA

Inventor(s): BIGORRA J; PI SUBIRANA R; PRAT QUERALT E

• Undate codes :

Basic update code :1999-06

THIS PAGE BLANK (USPTO)



(9) BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

© Offenlegungsschrift © DE 197 24 868 A 1

(1) Aktenzeichen: 197 24 868.3
 (2) Anmeldetag: 12. 6. 97
 (3) Offenlegungstag: 24. 12. 98

(5) Int. Cl.⁶: A 61 K 7/00

> A 61 K 7/06 A 61 K 7/48 A 61 K 9/06 A 61 K 9/10 C 07 C 217/08

(1) Anmelder:

Henkel KGaA, 40589 Düsseldorf, DE

(72) Erfinder:

Bigorra, Joaquin, Dr., Sabadell, ES; Prat Queralt, Esther, Dr., Alella, ES; Pi Subirana, Rafael, Dr., Granollers, ES

66 Entgegenhaltungen:

DE 43 08 794 C1 DE 1 95 14 557 A1 DE 44 02 527 A1 DE 43 05 726 A1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

- (A) Kosmetische und/oder pharmazeutische Zubereitungen
- Vorgeschlagen werden kosmetische und/oder pharmazeutische Zubereitungen, enthaltend
 (a) ethylquaternierte Fettsäurealkanolaminester-Salze

und (b) Ölkörper.

Die Ethylesterquats besitzen ausgezeichnete emulgierende Eigenschaften und verleihen Emulsionen eine besonders hohe und stabile Viskosität.

Beschreibung

Gebiet der Erfindung

5 Die Erfindung betrifft Zubereitungen mit einem Gehalt an ethylquatermierten Fettsäurealkanolaminester-Salzen und Ölkörpern sowie die Verwendung der kationischen Tenside als Emulgatoren und Konsistenzgeber.

Stand der Technik

Für die Herstellung kosmetischer bzw. pharmazeutischer Emulsionen, wie beispielsweise Cremes, Lotionen oder Salben, kommen in der Regel nichtionische oder ampholytische, gegebenenfalls auch anionische Emulgatoren in Frage. In den letzten Jahren haben für diesen Einsatzzweck jedoch auch kationische Verbindungen, insbesondere vom Typ der sogenannten Esterquats. Bedeutung gewonnen, weil sie nicht nur ausgezeichnete emulgierende Eigenschaften besitzen, sondern in der Anwendung Haut und Haaren auch einen angenehmen Weichgriff verleihen. Obschon Emulsionen mit handelsüblichen methylquaternierten Kationtensiden durchaus eine zufriedenstellende Viskosität und Lagerstabilität besitzen, besteht im Markt dennoch ein ständiger Wunsch nach neuen Emulgatoren, mit deren Hilfe man entweder die Viskosität weiter erhöhen und eine gewünschte Viskosität mit einer verminderten Menge an Emulgator einstellen kann. In gleicher Weise wird gewünscht, daß auch bei Temperaturbelastung die einmal erreichte Viskosität zumindest weitgehend erhalten bleibt.

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung hat somit darin bestanden, neue Zubereitungen zur Verfügung zu stellen, die über eine vergleichsweise höhere Viskosität verfügen und gleichzeitig auch bei Temperaturbelastung lagerstabil sind.

Beschreibung der Erfindung

- 25 Gegenstand der Erfindung sind kosmetische und/oder pharmazeutische Zubereitungen, enthaltend
 - (a) ethylquaternierte Fettsäurealkanolaminester-Salze und
 - (b) Ölkörper.

35

45

Überraschenderweise wurde gefunden, daß ethylquaternierte Fettsäurealkanolaminester-Salze ("Ethylesterquats") den entsprechenden methylquaternierten Verbindungen überlegen sind und Emulsionen nicht nur sehr dauerhaft stabilisieren, sondern ihnen gleichzeitig auch eine deutlich höhere Viskosität verleihen.

Ethylquaternierte Fettsäurealkanolaminester

Bei den ethylquaternierten Feltsäurealkanolaminester, die im folgenden allgemein als Ethylesterquats bezeichnet werden, handelt sich um bekannte Stoffe, die man nach den einschlägigen Methoden der präparativen organischen Chernie erhalten kann. In diesem Zusammenhang sei auf die Internationale Patentanmeldung WO 91/01295 (Henkel) verwiesen, nach der man Triethanolamin in Gegenwart von unterphosphoriger Säure mit Feltsäuren partiell verestert. I utt dorch leitet und anschließend mit Dialkylsulfat oder Ethylenoxid quaterniert. Aus der Deutschen Patentschrift Die C1 43 08 794 (Henkel) ist überdies ein Verfahren zur Herstellung fester Esterquats bekannt, bei dem man die Quaternierung von Triethanolaminestern in Gegenwart von geeigneten Dispergatoren, vorzugsweise Feltalkoholen, durchführt. Ubersichten zu diesem Thema sind beispielsweise von R. Puchta et al. in Tens. Surf. Det., 30, 186 (1993), M. Brock in Tens. Surf. Det., 30, 394 (1993), R. Lagerman et al. in J. Am. Oil. Chem. So., 71 97 (1994) sowie I. Shapiro in Cosm. Toil. 109, 77 (1994) erschienen.

Die quaternierten Fettsäuretriethanolaminestersalze folgen der Formel (I),

$$\begin{array}{c|c} & R^4 \\ | \\ [R^1CO-(OCH_2CH_2)_mOCH_2CH_2-N^+-CH_2CH_2O-(CH_2CH_2O)_nR^2] \ X^- \\ | \\ | \\ CH_2CH_2O(CH_2CH_2O)_nR^3 \end{array}$$

in der R¹CO für einen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, R² und R³ unabhängig voneinander für Wasserstoff oder R¹CO, R⁴ für einen Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder eine (CH₂CH₂OJqH-Gruppe, m, n und p in Summe für 0 oder Zahlen von 1 bis 12, q für Zahlen von 1 bis 12 und X für Ethylsulfat steht. Typische Beispiele für Esterquats, die im Sinne der Erfindung Verwendung finden können, sind Produkte auf Basis von Capronsäure, Caprylshaure, Caprinsäure, Laurinsäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Isostearinsäure, Stearinsäure, Ölsäure, Elaidinsäure, Arachinsaure, Behensäure und Erucasäure sowie deren technische Mischungen, wie sie beispielsweise bei der Druckspaltung natürlicher Fette und Öle anfallen. Vorzugsweise werden technische C_{16/18}-Fettsäureschnitte eingesetzt. Zur Herstellung der ethylquaternierten Ester können die Fettsäuren und das Triethanolamin im molaren Verhältnis von 1.1:1 bis 3:1 eingesetzt werden. Im Hinblick auf die anwendungstechnischen Eigenschaften der Ethylesterquats hat sich ein Einsatzverhaltnis von 1.2:1 bis 2.2:1, vorzugsweise 1.5:1 bis 1.9:1 als besonders vorteilhaft erwiesen. Die-bevorzugten Ethylesterquats stellen technische Mischungen von Mono-, Di- und Triestern mit einem durchschnittlichen Veresterungsgrad von 1.5 bis 1.9 dar und leiten sich von technischer C_{16/18}-Talg- bzw. Palmfettsäure (Iodzahl 0 bis 40) ab. Aus anwendungstechnischer Sicht haben sich quaternierte Fettsäuretriethanolaminestersalze der Formel (I) als besonders vorteilhatt erwiesen.

in der R¹CO für einen Acylrest mit 16 bis 18 Kohlenstoffatomen, R² für R¹CO, R³ für Wasserstoff, R² für eine Methylgruppe, und m, n und p für 0 stehen.

Neben den ethylquaternierten Fettsäuretriethanolaminestersalzen kommen als Ethylesterquats ferner auch ethylquaternierte Estersalze von Fettsäuren mit Diethanolalkylaminen der Formel (II) in Betracht.

$$\begin{array}{c|c} & R^4 \\ & | \\ [R^1CO\text{-}(OCH_2CH_2)_mOCH_2CH_2\text{-}N^+\text{-}CH_2CH_2O\text{-}(CH_2CH_2O)_nR^2] \ X^- \\ & | \\ & R^5 \end{array}$$

ю

\$11

22

in der R¹CO für einen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, R² für Wasserstoff oder R¹CO, R⁴ und R² unabhängig voneinander für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, m und n in Summe für 0 oder Zahlen von 1 bis 12 und X für Ethylsulfat steht.

Als weitere Gruppe geeigneter Ethylesterquats sind schließlich die ethylquaternierten Estersalze von Fettsäuren mit 1,2-Dihydroxypropyldialkylaminen der Formel (III) zu nennen.

in der R⁴CO für einen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, R² für Wasserstoff oder R⁴CO, R⁴, R⁶ und R⁷ unabhängig voneinander für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, in und n in Summe für 0 oder Zahlen von 1 bis 12 und X für Ethylsulfat steht.

Hinsichtlich der Auswahl der bevorzugten Fettsäuren und des optimalen Veresterungsgrades gelten die für (1) genannten Beispiele auch für die Ethylesterquats der Formeln (II) und (III). Die erfindungsgemäßen Zubereitungen konnen die Ethylesterquat-Emulgatoren in Mengen von 0.1 bis 10, vorzugsweise 1 bis 8 und insbesondere 2 bis 5 Geweiten bezogen auf die Mittel – enthalten.

Ölkörper

Als Ölkörper kommen beispielsweise Fettalkohole mit 16 bis 24 Kohlenstoffatomen, Guerbetalkohole auf Basis von Fettalkoholen mit 6 bis 18. vorzugsweise 8 bis 10 Kohlenstoffatomen, Ester von linearen C₆-C₂₂-Fettalkoholen. Ester von verzweigten C₆-C₁₃-Carbonsäuren mit linearen C₆-C₂₂-Fettalkoholen, Ester von Incaren C₆-C₂₂-Fettalkoholen. Ester von tinearen mit verzweigten Alkoholen, insbesondere 2-Ethylhexanol, Ester von linearen und/oder verzweigten Fettsäuren mit mehrwertigen Alkoholen (wie z. B. Propylenglycol, Dimerdiol oder Trimertriol) und/oder Guerbetalkoholen. Triglyceride auf Basis C₆-C₁₀-Fettsäuren, Ester von C₆-C₂₂-Fettalkoholen und/oder Guerbetalkoholen mit aromatischen Carbonsäuren, insbesondere Benzoesäure, pflanzliche Öle, verzweigte primäre Alkohole, substituierte Cyclohexane, lineare C₆-C₂₂-Fett-alkoholearbonate, Guerbetearbonate, Dialkylether, Ringöffnungsprodukte von epoxidierten Fettsäure-alkylestern mit Polyolen, Siliconöle und/oder aliphatische bzw. naphthenische Kohlenwasserstotte in Betracht. Die erfindungsgemäßen Zubereitungen können die Ölkörper in Mengen von 1 bis 90, vor-zugsweise 15 bis 75 und insbesondere 30 bis 50 Gew.-% enthalten.

Gewerbliche Anwendbarkeit

Die ethylquaternierten Fettsäurealkanolaminester-Salze besitzen nicht nur ausgezeichnete emulgierende Eigenschaften, sondern verleihen Emulsionen auch eine unerwartet hohe Viskosität, die auch bei längerer Temperaturbelastung im wesentlichen erhalten bleibt. Ein weiterer Gegenstand der Erfindung betrifft daher ihre Verwendung als Emulgatoren und Konsistenzgeber zur Herstellung von kosmetischen und/oder pharmazeutischen Zubereitungen, in denen sie in Mengen von 0.5 bis 10, vorzugsweise 2 bis 8 und insbesondere 3 bis 5 Gew.-% -- bezogen auf die Mittel -- enthalten sein können.

Kosmetische und/oder pharmazeutische Zubereitungen

Die erfindungsgemäßen Zubereitungen, wie beispielsweise Haarshampoos, Haarlotionen, Schaumbäder, Cremes, Lotionen oder Salben, können ferner als weitere Hilfs- und Zusatzstoffe milde Tenside, Co-Emulgatoren, Übertettungsmittel, Stabilisatoren, Wachse, Konsistenzgeber, Verdickungsmittel, Kationpolymere, Siliconverbindungen, biogene Wirkstoffe, Antischuppenmittel, Filmbildner, Konservierungsmittel, Hydrotrope, Solubilisatoren, UV-Lichtschutztilter, Insektenrepellentien, Selbstbräuner, Farb- und Duftstoffe enthalten.

Typische Beispiele für geeignete milde, d. h. besonders hautverträgliche Tenside sind Fettalkoholpolyglycolethersulfate. Monoglyceridsulfate. Mono- und/oder Dialkylsulfosuccinate. Fettsäureisethionate. Fettsäuresarcosinate. Fettsäuretauride. Fettsäureglutamate. Ethercarbonsäuren, Alkyloligoglucoside. Fettsäureglucamide. Alkylamidobetaine und/oder Proteinfettsäurekondensate, letztere vorzugsweise auf Basis von Weizenproteinen.

Als Co-Emulgatoren kommen beispielsweise nichtionogene Tenside aus mindestens einer der folgenden Gruppen in Frage:

- (1) Anlagerungsprodukte von 2 bis 30 Mol Ethylenoxid und/oder 0 bis 5 Mol Propylenoxid an lineare Fettalkohole mit 8 bis 22 C-Atomen, an Fettsäuren mit 12 bis 22 C-Atomen und an Alkylphenole mit 8 bis 15 C-Atomen in der Alkylgruppe;
- (2) C_{12/18}-Fettsäuremono- und -diester von Anlagerungsprodukten von 1 bis 30 Mol Ethylenoxid an Glycerin;
- (3) Glycerinmono- und -diester und Sorbitanmono- und -diester von gesättigten und ungesättigten Fettsäuren mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen und deren Ethylenoxidanlagerungsprodukte;
 - (4) Alkylmono- und -oligoglycoside mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen im Alkylrest und deren ethoxylierte Analoga;
 - (5) Anlagerungsprodukte von 15 bis 60 Mol Ethylenoxid an Ricinusöl und/oder gehärtetes Ricinusöl;
 - (6) Polyol- und insbesondere Polyglycerinester wie z. B. Polyglycerinpolyricinoleat oder Polyglycerinpoly-12-hydroxystearat. Ebenfalls geeignet sind Gemische von Verbindungen aus mehreren dieser Substanzklassen;
 - (7) Anlagerungsprodukte von 2 bis 15 Mol Ethylenoxid an Ricinusöl und/oder gehärtetes Ricinusöl;
 - (8) Partialester auf Basis linearer, verzweigter, ungesättigter bzw. gesättigter C_{W22}-Fettsäuren, Ricinolsäure sowie 12-Hydroxystearinsäure und Glycerin, Polyglycerin, Pentaerythrit, Dipentaerythrit, Zuckeralkohole (z. B. Sorbit), Alkylglucoside (z. B. Methylglucosid, Butylglucosid, Laurylglucosid) sowie Polyglucoside (z. B. Cellulose);
- (9) Trialkylphosphate sowie Mono-, Di- und/oder Tri-PEG-alkylphosphate:
 - (10) Wollwachsalkohole;

10

15

20

- (11) Polysiloxan-Polyalkyl-Polyether-Copolymere bzw. entsprechende Derivate;
- (12) Mischester aus Pentaerythrit, Fettsäuren, Citronensäure und Fettalkohol gemäß DE-PS 11 65 574 und/oder Mischester von Fettsäuren mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, Methylglucose und Polyolen, vorzugsweise Glycerin sowie
- (13) Polyalkylenglycole.

Die Anlagerungsprodukte von Ethylenoxid und/oder von Propylenoxid an Fettalkohole, Fettsäuren, Alkylphenole, Glycerinmono- und -diester sowie Sorbitanmono- und -diester von Fettsäuren oder an Ricinusöl stellen bekannte, im Handel erhältliche Produkte dar. Es handelt sich dabei um Homologengemische, deren mittlerer Alkoxylierungsgrad dem Verhältnis der Stoffmengen von Ethylenoxid und/ oder Propylenoxid und Substrat, mit denen die Anlagerungsreaktion durchgeführt wird, entspricht, C_{12/18}-Fettsäuremono- und -diester von Anlagerungsprodukten von Ethylenoxid an Glycerin sind aus DE-PS 20 24 051 als Rückfettungsmittel für kosmetische Zubereitungen bekannt.

C_{8/18}-Alkylmono- und -oligoglycoside, ihre Herstellung und ihre Verwendung als oberflächenaktive Stoffe sind beispielsweise aus US 3.839.318, US 3.707.535, US 3.547.828, DE-OS 19 43 689, DE-OS 20 36 472 und DE-A1 30 01 064 sowie EP-A 0 077 167 bekannt. Ihre Herstellung erfolgt insbesondere durch Umsetzung von Glucose oder Oligosacchariden mit primären Alkoholen mit 8 bis 18 C-Atomen. Bezüglich des Glycosidrestes gilt, daß sowohl Monoglycoside, bei denen ein cyclischer Zuckerrest glycosidisch an den Fettalkohol gebunden ist, als auch oligomere Glycoside mit einem Oligomerisationsgrad bis vorzugsweise etwa 8 geeignet sind. Der Oligomerisierungsgrad ist dabei ein statistischer Mittelwert, dem eine für solche technischen Produkte übliche Homologenverteilung zugrunde liegt.

Weiterhin können als Emulgatoren zwitterionische Tenside verwendet werden. Als zwitterionische Tenside werden solche oberflächenaktiven Verbindungen bezeichnet, die im Molekül mindestens eine quartäre Ammoniumgruppe und mindestens eine Carboxylat- und eine Sulfonatgruppe tragen. Besonders geeignete zwitterionische Tenside sind die sogenannten Betaine wie die N-Alkyl-N.N-dimethylammoniumglycinate, beispielsweise das Kokosalkyldimethylammoniumglycinat, N-Acylaminopropyl-N,N-dimethylammoniumglycinate, beispielsweise das Kokosacylaminopropyldimethylammonium-glycinat, und 2-Alkyl-3-carboxylmethyl-3-hydroxyethylimidazoline mit jeweils 8 bis 18 C-Atomen in der Alkyl- oder Acylgruppe sowie das Kokosacylaminoethylhydroxyethylcarboxymethylglycinat. Besonders bevorzugt ist das unter der CTFA-Bezeichnung Cocamidopropyl Betaine bekannte Fettsäureamid-Derivat. Ebenfalls geeignete Emulgatoren sind ampholytische Tenside. Unter ampholytischen Tensiden werden solche oberflächenaktiven Verbindungen verstanden, die außer einer C8/18-Alkyl- oder -Acylgruppe im Molekül mindestens eine freie Aminogruppe und mindestens eine -COOH- oder -SO3H-Gruppe enthalten und zur Ausbildung innerer Salze befähigt sind. Beispiele für geeignete ampholytische Tenside sind N-Alkylgtycine, N-Alkylpropionsäuren, N-Alkylaminobuttersäuren, N-Alkyliminodipropionsäuren, N-Hydroxyethyl-N-alkylamidopropylglycine, N-Alkyltaurine, N-Alkyl-sarcosine, 2-Alkylaminopropionsäuren und Alkylaminoessigsäuren mit jeweils etwa 8 bis 18 C-Atomen in der Alkylgruppe. Besonders bevorzugte ampholytische Tenside sind das N-Kokosalkylamino-propionat, das Kokosacylaminoethylaminopropionat und das C_{12/18}-Acylsarcosin.

Als Überfettungsmittel können Substanzen wie beispielsweise Lanolin und Lecithin sowie polyethoxylierte oder acylierte Lanolin- und Lecithinderivate, Polyolfettsäureester, Monoglyceride und Fettsäurealkanolamide verwendet werden, wobei die letzteren gleichzeitig als Schaumstabilisatoren dienen. Als Konsistenzgeber kommen in erster Linie Fettalkohole mit 12 bis 22 und vorzugsweise 16 bis 18 Kohlenstollatomen und daneben Partialglyceride in Betracht. Bevorzugt ist eine Kombination dieser Stoffe mit Alkyloligoglucosiden und/oder Fettsäure-N-methylglucamiden gleicher Kettenlänge und/oder Polyglycerinpoly-12-hydroxystearaten. Geeignete Verdickungsmittel sind beispielsweise Polysaccharide, insbesondere Xanthan-Gum, Guar-Guar, Agar-Agar, Alginate und Tylosen, Carboxymethylcellulose und Hydroxyethylcellulose, ferner höhermolekulare Polyethylenglycolmono- und -diester von Fettsäuren, Polyacrylate, (z. B. Carbopole® von Goodrich oder Synthalene® von Sigma). Polyacrylamide, Polyvinylalkohol und Polyvinylpyrrolidon, Tenside wie beispielsweise ethoxylierte Fettsäureglyceride, Ester von Fettsäuren mit Polyolen wie beispielsweise Pentaerythrit oder Trimethylolpropan. Fettalkoholethoxylate mit eingeengter Homologenverteilung oder Alkyloligoglucoside sowie Elektrolyte wie Kochsalz und Antmoniumchlorid.

Geeignete kationische Polymere sind beispielsweise kationische Cellulosederivate, wie z. B. ein quaternierte Hydroxyethylcellulose, die unter der Bezeichnung Polymer JR 400% von Amerchol erhältlich ist, kationische Stärke, Copolymere von Diallylammoniumsalzen und Acrylamiden, quaternierte Vinylpyrrolidon/Vinyl-imidazol-Polymere wie z. B. Luviquat® (BASF). Kondensationsprodukte von Polyglycolen und Aminen, quaternierte Kollagenpolypeptide wie beispielsweise Lauryldimonium hydroxypropyl hydrolyzed collagen (Lamequat®L/Grünau), quaternierte Weizenpolypep-

tide, Polyethylenimin, kationische Siliconpolymere wie z. B. Amidomethicone, Copolymere der Adipinsäure und Dimethylaminohydroxypropyldiethylentrimamin (Cartaretine%Sandoz), Copolymere der Acrylsäure mit Dimethyldiallylaminohydroxypropyldiethylentrimamin (Cartaretine%Sandoz), Copolymere der Acrylsäure mit Dimethyldiallylaminohydroxypropyldiethylaminohydroxy moniumehlorid (Merquat® 550/Chemviron). Polyaninopolyanide wie z. B. beschrieben in der FR-A 22 52 840 sowie deren vernetzte wasserlöslichen Polymere, kationische Chitinderivate wie beispielsweise quaterniertes Chitosan, gegebenenfalls mikrokristallin verteilt. Kondensationsprodukte aus Dihalogenalkylen wie z. B. Dibrombutan mit Bisdialkylaminen wie z. B. Bis-Dimethylamino-1,3-propan, kationischer Guar-Gum wie z. B. Jaguar® CBS, Jaguar® C-17, Jaguar® C-16 der Celanese, quaternierte Ammoniumsalz-Polymere wie z. B. Mirapol® A-15. Mirapol® AD-1, Mirapol® AZ-1 der Miranol.

Geeignete Siliconverbindungen sind beispielsweise Dimethylpolysiloxane, Methyl-phenylpolysiloxane, cyclische Silicone sowie amino-, fettsäure-, alkohol-, polyether-, epoxy-, fluor- glucosid- und/oder alkylmodifizierte Siliconverbindungen, die bei Raumtemperatur sowohl flüssig als auch harzförmig vorliegen können. Typische Beispiele für Fette sind Glyceride, als Wachse kommen u. a. Bienenwachs, Carnaubawachs, Candelillawachs, Montanwachs, Parattinwachs oder Mikrowachse gegebenenfalls in Kombination mit hydrophilen Wachsen, z. B. Cetylstearylalkohol oder Partialglyceriden in Frage. Als Perlglanzwachse können insbesondere Mono- und Difettsäureester von Polyalkylenglycolen, Partialglyceride oder Ester von Fettalkoholen mit mehrwertigen Carbonsäuren bzw. Hydroxycarbonsäuren verwendet werden. Als Stabilisatoren können Metallsalze von Fettsäuren wie z. B. Magnesium-, Aluminium- und/oder Zinkstearat eingesetzt werden. Unter biogenen Wirkstoffen sind beispielsweise Tocopherol, Tocopherolacetat, Tocopherolpalmitat, Ascorbinsäure, Retinol, Bisabolol, Allantoin, Phytantriol, Panthenol, AHA-Säuren, Pflanzenextrakte und Vitaminkomplexe zu verstehen. Als Antischuppenmittel können Climbazol. Octopirox und Zinkpyrethion eingesetzt werden. Gebräuchliche Filmbildner sind beispielsweise Chitosan, mikrokristallines Chitosan, quaterniertes Chitosan, Polyvinylpyrrolidon, Vinylpyrrolidon-Vinylacetat-Copolymerisate, Polymere der Acrylsäurereihe, quatemäre Cellulose-Derivate, Kollagen, Hyaluronsäure bzw. deren Salze und ähnliche Verbindungen.

10

15

40

50

. 65

Unter UV-Lichtschutzfiltern sind organische Substanzen zu verstehen, die in der Lage sind, ultraviolette Strahlen zu absorbieren und die aufgenommene Energie in Form längerwelliger Strahlung, z. B. Wärme wieder abzugeben. Typische Beispiele sind 4-Antinobenzoesäure sowie ihre Ester und Derivate (z. B. 2-Ethylhexyl-p-dimethylaminobenzoat oder p-Dimethylaminobenzoesäureoctylester), Methoxyzimtsäure und ihre Derivate (z. B. 4-Methoxyzimtsäure-2-ethylhexylester), Benzophenone (z. B. Oxybenzon, 2-Hydroxy-4-methoxybenzophenon), Dibenzovlmethane, Salicylatester, 2-Phenylbenzimidazol-5-sulfonsäure. 1-(4-tert.Butylphenyl)-3-(4'-methoxyphenyl)-propan-1,3-dion. 3-(4'-Methyl)benzylidenbornan-2-on. Methylbenzylidencampher und dergleichen. Weiterhin kommen für diesen Zweck auch feindisperse Metalloxide bzw. Salze in Frage, wie beispielsweise Titandioxid, Zinkoxid, Eisenoxid, Aluminiumoxid, Ceroxid, Zirkoniumoxid, Silicate (Talk) und Bariumsulfat. Die Partikel sollten dabei einen mittleren Durchmesser von weniger als 100 nm, vorzugsweise zwischen 5 und 50 nm und insbesondere zwischen 15 und 30 nm aufweisen. Sie können eine sphärische Form aufweisen, es können jedoch auch solche Partikel zum Einsatz kommen, die eine ellipsoide oder in sonstiger Weise von der sphärischen Gestalt abweichende Form besitzen. Neben den beiden vorgenannten Gruppen primärer Lichtschutzstoffe können auch sekundäre Lichtschutzmittel vom Typ der Antioxidantien eingesetzt werden, die die photochemische Reaktionskette unterbrechen, welche ausgelöst wird, wenn UV-Strahlung in die Haut eindringt. Typische Beispiele hierfür sind Superoxid-Dismutase, Tocopherole (Vitamin E) und Ascorbinsäure (Vitamin C).

Zur Verbesserung des Fließverhaltens können ferner Hydrotrope wie beispielsweise Ethanol. Isopropylalkohol, oder Polyole eingesetzt werden. Polyole, die hier in Betracht kommen, besitzen vorzugsweise 2 bis 15 Kohlenstoffatome und mindestens zwei Hydroxylgruppen. Typische Beispiele sind

- Glycerin;
- Alkylengtycole wie beispielsweise Ethylengtycol, Diethylengtycol, Propylengtycol, Butylengtycol, Hexylengtycol sowie Polyethylenglycole mit einem durchschnittlichen Molekulargewicht von 100 bis 1.000 Dalton;
- technische Oligoglyceringemische mit einem Eigenkondensationsgrad von 1.5 bis 10 wie etwa technische Diglyceringemische mit einem Diglyceringehalt von 40 bis 50 Gew.-%;
- Methyolverbindungen, wie insbesondere Trimethylolethan, Trimethylolpropan, Trimethylolbutan, Pentaerythrii und Dipentaerythrit;
- Niedrigalkylglucoside, insbesondere solche, mit 1 bis 8 Kohlenstoffen im Alkylrest wie beispielsweise Methylund Butvlglucosid:
- Zuckeralkohole mit 5 bis 12 Kohlenstoffatomen wie beispielsweise Sorbit oder Mannit,
- Zucker mit 5 bis 12 Kohlenstoffatonien wie beispielsweise Glucose oder Saccharose;
- Aminozucker wie beispielsweise Glucamin.

Als Konservierungsmittel eignen sich beispielsweise Phenoxyethanol, Formaldehydlösung, Parabene, Pentandiol oder Sorbinsäure. Als Insekten-Repellentien kommen N.N-Diethyl-m-touluamid. 1,2-Pentandiol oder Insect repellent 3535 in Frage, als Selbstbräuner eignet sich Dihvdroxvaceton. Als Farbstoffe können die für kosmetische Zwecke geeigneten und zugelassenen Substanzen verwendet werden, wie sie beispielsweise in der Publikation "Kosmetische Färbemittel" der Farbstoffkommission der Deutschen Forschungsgemeinschaft, Verlag Chemie, Weinheim, 1984, S. 81-106 zusammengestellt sind. Diese Farbstoffe werden üblicherweise in Konzentrationen von (),001 bis 0.1 Gew.-%, bezogen auf die gesamte Mischung, eingesetzt.

Der Gesamtanteil der Hilfs- und Zusatzstoffe kann 1 bis 50, vorzugsweise 5 bis 40 Gew.-% - bezogen auf die Mittel betragen. Die Herstellung der Mittel kann durch übliche Kalt- oder Heißprozesse erfolgen; vorzugsweise arbeitet man nach der Phaseninversionstemperatur-Methode.

Beispiele

Herstellbeispiel 1

In einem Rührreaktor wurden bei 70°C 540 g (2.0 mol) partiell gehärtete Talgfettsäure und 0.7 g Hypophosphorsäure (50 Gew.-%ig) vorgelegt. Bei einem verminderten Druck von 30 mbar wurden portionsweise 115 g (0.97 mol) Methyldiethanolamin hinzugefügt und die Mischung bis auf 180°C erwärmt. Anschließend wurde der Ansatz für 2 h bei 10 mbar gerührt, bis die Säurezahl der Mischung auf einen Wert unterhalb von 7 mg KOH/g abgesunken war. 665 g (1 mol) des resultierenden Estern wurden in eine weitere Rührapparatur überführt und bei 60°C in 90 ml Isopropylalkohol gelöst. Anschließend wurden portionsweise 145 g (0.94 mol) Diethylsulfat hinzugegeben, wobei die Temperatur bis auf 70°C anstieg. Der Ansatz wurde 9 h bei dieser Temperatur gehalten. Es resultierte eine gelblich gefärbte Paste mit einem Aktivsubstanzgehalt von 1.115 meg/g und einem Trockenrückstand von 90 Gew.-%.

Herstellbeispiel 2

Analog Herstellbeispiel 1 wurden 540 g (2 mol) partiell hydrierte Talgfettsäure, 0.8 g Hypophosphorsäure und 157 g (1.05 mol) Triethanolamin zur Reaktion gebracht, 650 g (1 mol) des Esters wurden anschließend wie oben beschrieben mit 141 g (0.92 mol) Diethylsulfat quaterniert. Es resultierte eine schwach gelblich gefärbte Paste mit einem Aktivsubstanzgehalt von 0.905 meg/g und einem Trockenrückstand von 100 Gew.-%.

Beispiel 1 bis 3, Vergleichsbeispiele V1 bis V3

Die Viskosität und Lagerstabilität verschiedener Emulsionen auf Basis von ethyl- bzw. methylquatermierten Esterquats wurde nach der Brookfield-Methode bei 20 bzw. 40°C in einem RVT-Viskosimeter (Spindel 1,10 Upm) bestimmt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 1 zusammengefaßt. Die Rezepturen 1 bis 3 sind erfindungsgemäß, die Formulierungen V1 bis V3 dienen zum Vergleich.

Tabelle 1 Viskosität und Stabilität von Emulsionen

Zusammensetzung/Performance	1	2	3	V1	V2	V3
Ethylesterquat gemäß H1	1,1	-	-	-	-	-
Ethylesterquat gemäß H2	-	1,1	1,1	-	-	
Methylesterquat*	-	-	-	1,1	1,1	1.1
Cetearylalkohol	3,7	3,7	3,7	3,7	3,7	3,7
Ceteareth-20	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Lauryldimonium hydroxypropyl hydrolyzed collagen	-	0,5	-	-	0,5	•
Dimethicone	-	-	0,5	-	-	0,5
Wasser	ad 100					
Viskosität [mPas]						
- sofort, 20°C	14.000	14.500	14.500	9.000	8.500	9.000
- nach 4 w, 40°C	13.500	13.500	13.500	8.000	8.000	8.500

Ditalgfettsäuretriethanolaminester-Methosulfat

Patentansprüche

- Kosmetische und/oder pharmazeutische Zubereitungen, enthaltend
 - (a) ethylquaternierte Fettsäurealkanolaminester-Salze und
 - (b) Ölkörper.
- 2. Zubereitungen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie ethylquaternierte Fettsäurealkanolaminester-Salze der Formel (1) enthalten,

6

65

60

15

20

30

35

40

45

50

55

 $\begin{array}{c} R^4 \\ | \\ [R^1CO-(OCH_2CH_2)_mOCH_2CH_2-N^+-CH_2CH_2O-(CH_2CH_2O)_nR^2] \ X \\ | \\ | \\ CH_2CH_2O(CH_2CH_2O)_pR^3 \end{array}$

in der R¹CO für einen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, R² und R³ unabhängig voneinander für Wasserstoff oder R¹CO, R⁴ für einen Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder eine (CH₂CH₂O)_qH-Gruppe, m, n und p in Summe für 0 oder Zahlen von 1 bis 12, q für Zahlen von 1 bis 12 und X für Ethylsulfat steht.

3. Zubereitungen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie ethylquaternierte Fettsäurealkanolaminester-Salze der Formel (II) enthalten,

R4 | 15 | [R¹CO-(OCH₂CH₂)_mOCH₂CH₂-N*-CH₂CH₂O-(CH₂CH₂O)_nR²] X· (II) | R⁵

in der R¹CO für einen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, R² für Wasserstoff oder R¹CO, R⁴ und R⁵ unabhängig voneinander für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, m und n in Summe für 0 oder Zahlen von 1 bis 12 und X für Ethylsulfat steht.

4. Zubereitungen nach Anspruch 1. dadurch gekennzeichnet, daß sie ethylquaternierte Fettsäurealkanolaminester-Salze der Formel (III) enthalten.

in der R¹CO für einen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, R² für Wasserstoff oder R¹CO, R⁴, R⁶ und R⁷ unabhängig voneinander für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, m und n in Summe für 0 oder Zahlen von 1 bis 12 und X für Ethylsulfat steht.

5. Zubereitungen nach den Ansprüchen 1 bis 4. dadurch gekennzeichnet, daß sie die ethylquaternierten Fettsäurealkanolaminester in Mengen von 0,1 bis 10 Gew.-% - bezogen auf die Mittel - enthalten.

6. Zubereitungen nach den Ansprüchen 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß sie Ölkörper enthalten, die ausgewählt sind aus der Gruppe, die gebildet wird von Fettalkoholen mit 16 bis 24 Kohlenstoffatomen, Guerbetalkoholen auf Basis von Fettalkoholen mit 6 bis 18, vorzugsweise 8 bis 10 Kohlenstoffatomen, Estern von linearen C₆-C₂₂-Fettsäuren mit linearen C₆-C₂₂-Fettsäuren mit verzweigten C₆-C₁₃-Carbonsäuren mit linearen C₆-C₂₂-Fettsäuren mit verzweigten Alkoholen, Estern von linearen und/oder verzweigten Fettsäuren mit mehrwertigen Alkoholen und/oder Guerbetalkoholen, Triglyceriden auf Basis C₆-C₁₀-Fettsäuren, Estern von C₆-C₂₂-Fettalkoholen und/oder Guerbetalkoholen mit aromatischen Carbonsäuren, pflanzlichen Öle, verzweigten primären Alkoholen, substituierten Cyclohexanen, linearen C₆-C₂₂-Fettalkoholearbonaten, Guerbetarbonaten, Dialkylethern, Ringöffnungsprodukten von epoxidierten Fettsäurealkylestern mit Polyolen, Siliconölen und/oder aliphatischen bzw. naphthenischen Kohlenwasserstoffen.

7. Zubereitungen nach den Ansprüchen 1 bis 6. dadurch gekennzeichnet, daß sie die Ölkörper in Mengen von 1 bis 90 Gew-% – bezogen auf die Mittel – enthalten.

8. Zubereitungen nach den Ansprüchen 1 bis 7. dadurch gekennzeichnet, daß sie weiterhin Kationpolymere enthalten.

9. Zubereitungen nach den Ansprüchen 1 bis 8. dadurch gekennzeichnet, daß sie weiterhin Silicon-Verbindungen enthalten.

10. Verwendung von ethylquaternierten Fettsäurealkanolamin-Salzen als Emulgatoren und Konsistenzgeber zur Herstellung von kosmetischen und/oder pharmazeutischen Zubereitungen.

60

55

45

50

10

. 65

- Leerseite -

THIS PAGE BLANK (USPTO)

NCDOCID- -DE 1072400041 1